# Japanese Unexamined Patent Application, First Publication No. H1-259103

Date of First Publication: 1989/10/16

Japanese Patent Application No. S63-87833

Application Date: 1988/04/08

Int. Cl. Identification Internal Serial Number

B 22 F 3/10 E-7511-4K C 22 C 33/02 A-7619-4K

**Examination Request: none** 

Number of Claims: 1

Title of the Invention: SINTERING METHOD FOR AN FE-C-CU-BASED

**MULTI-COMPONENT ALLOY POWDER** 

Inventors: Yasuyuki FUJIWARA

Masayoshi YOKOI Mikio KONDO

Applicant: Toyota Automotive, KK

Toyota Central Research, KK

Agent: Hiroshi OKAWA

2. Claim

(1) A sintering method for a Fe-C-CU-based multi-component alloy powder characterized in comprising a first sintering process in which heating is carried out for 30 to 80 minutes at a temperature from 900°C to the melting point of Cu in a sintering atmosphere in which nitrogen gas and/or hydrogen gas is used, or in a vacuum, and a second sintering process in which heating is carried out for at least 20 minutes at a temperature from the melting point of copper to the melting point of iron.

The present invention is a sintering method for an F-C-Cu-based multi-component alloy powder, and relates to a sintering method in which a sintered compact having high strength and dimensional precision can be manufactured, and can be used in the manufacture of sintered machine components such as gears and cams.

BEST AVAILABLE COPY

The amount of carbon included in the Fe-C-Cu-based multi-component alloy powder that is used in the present invention is in a range of 1.5% or less. C is added as graphite powder. The reason is that up to 1.5% graphite, almost no free carbon remains in the sintered compact, whereas at 1.5% and above, free carbon remains in the sintered compact, and the proportion of the cementite structure drastically increases accompanying the decrease in the strength of the sintered compact. In addition, the amount of added Cu is up to 8% of the solid solubility limit of  $\gamma$  Fe. One species or two or more species among Ni, Cr, Mo, Mn, Si, W, P, and S may be added as other included alloy elements. Any of these alloy elements are mixed with Fe singly or as a compound powder.

### ⑩日本国特許庁(JP)

⑪特許出願公開

#### ⑫ 公 開 特 許 公 報 (A) 平1-259103

®Int. Cl. 4

識別記号

庁内整理番号

❸公開 平成1年(1989)10月16日

B 22 F C 22 C 3/10 33/02

E-7511-4K A - 7619 - 4K

> 審査請求 未請求 請求項の数 1 (全10頁)

会発明の名称

Fe-C-Cu系多成分合金粉末の焼結方法

21)特 顧 昭63-87833

Þ

22出 願 昭63(1988) 4月8日

@発 明 者

原 康

@発 明 者

#

愛知県豊田市トヨタ町1番地 トヨタ自動車株式会社内

横 正 良 @発 明 者 近 藤 斡 夫

藤

愛知県豊田市トヨタ町1番地 トヨタ自動車株式会社内 愛知県愛知郡長久手町大字長湫字横道41番地の 1

社豊田中央研究所内

の出 顧 人 願

の出

トヨタ自動車株式会社

愛知県豊田市トヨタ町1番地

人

株式会社豊田中央研究

愛知県愛知郡長久手町大字長湫字横道41番地の1

所

個代 理 人 弁理士 大川 宏

> 明 . 細

#### 1. 発明の名称

Fe-C-Cu系多成分合金粉末の焼結方法

#### 2. 特許請求の範囲

(1) 焼結雰囲気に窒素ガスおよび/または水 素ガスを用い、または真空中で、900℃から銅 の融点までの温度の間で30~80分間加熱する 第1の焼結工程と、鋼の融点から鉄の融点までの。 温度少なくとも20分間加熱する第2の焼結工程 とからなることを特徴とするFe-C-Cu系多成 分合金粉末の焼結方法。

#### 3. 発明の詳細な説明

#### [産業上の利用分野]

本発明はFe-C-Cυ系多成分合金粉末の焼桔 方法であって、高強度で寸法精度に優れた焼結体 が製造でき、ギア、カムのような焼精機械部品の 製造に有用な焼精方法に関する。

#### [従来の技術]

焼結法は量産になるほどコスト的に有利であり、 機械部品の抗結化は自動車工業を中心に進められ

てきた。特に近年はギア、カムのような鉄系抗結 機械部品の生産量は、非鉄系焼結機械部品の代表 であった含油軸受より多くなっている。

鉄系焼結機械部品の製造法は、Fe粉、添加元 素粉、ステアリン酸亜鉛のような潤滑剤粉を配合 して混合し、金型へ充填し圧縮成形して成形体を 得、これを焼結するものである。

従来、この種の合金粉の焼桔方法には、粉末に 添加されるステアリン酸亜鉛などの型潤滑剤を焼 結の昇温過程にて除去する目的で、第7図に示す ように550~750℃の温度で10~20分保 持し、然る後焼結温度である1120~1150 でに加熱保持する昇温パターンを採用する場合と、 焼桔炉のコンパクト化を目的とし焼桔温度である 1120~1150℃に急速加熱して保持する第 8 図に示す昇温パターンを採用する場合とがある。

Fe-C系の焼結合金の製造方法に関する提案 としては、特公昭46-42284号公報の発明 がある。この発明は炭素を含む鉄系焼精合金の製 造方法に関し、従来の製造方法における炭素を含

む鉄系抗結合金の強度不足、制性不足を解決すべ くなされたもので、炭素を固溶すると鉄系金属粉 相互間のネットワーク生成が困難になることにそ の原因があることを見い出し、鉄系金属のα-γ 変態点以下の温度で炭素の固溶が非常に遅く、鉄 系金属粒子相互のネットワークが優先して生成す ることを利用し、炭素が鉄系金属粒子に固溶する 前に十分な鉄系金属粒子相互間のネットワークを 作りその後炭素を鉄系金属組織中に固溶させるこ とにより、炭素を含む鉄系焼結合金の強度向上と 靭性向上をはかることに成功したものである。す なわち、この発明では先ずαーγ変態点より低く 焼結開始温度より高い温度で焼結し鉄系金属によ るネットワークを生成せしめた後、αーγ変態点 より高い温度で焼結し鉄系金属のネットワークに 炭素を固溶せしめることを特徴とする。

また、Fe-Cu系の抗結金属に関する提案には、 特公昭47-485号公報の提案があり、この提 案は鉄粉と銅粉との混合粉を使用して銅を含む鉄 系抗結合金の製造方法に関するものである。この

-3-

液相の浸透、またはFc粉粒子内の結晶粒界へのCuの拡散が起こる。そのため、Fe粒子はCu酸液に覆われ、黒鉛その他の合金成分の拡散が不十分となり、1100℃前後の温度で均熱保持する焼結時間を長くしても、焼結体の高強度特性が得られないという問題点があった。

一方、Fe-C系粉末にCu粉を添加して焼結した場合も、焼結体の焼入性の向上のほかに寸法調節効果があるが、膨張の程度はCの存在により抑制される。前記の従来の焼結方法によれば、Cの拡散とCuの融解・拡散がほぼ同時に始まり、両成分の挙動の再現性が乏しく、結果として寸法のばらつきが大きくなるという欠点がある。

前記いずれの先行技術も鉄系焼結合金の韧性を 強化するためになされたものであるが、前者はF e-C二元系に関し、Cが拡散する前に鉄系金属 のネットワークを形成せしめ、然る後にこのネットワークにCを固溶せしめるところに特徴があり、 後者はFe-Cu二元系に関し、Cuの融点以下の 温度で鉄系金属のネットワークを形成し、然る後 発明は銅を含む鉄系焼結合金の強度と 靭性を向上するためになされたもので、従来の製造法における焼結合金の靭性不足が、鉄系金属組織中への砌の固溶の均性にあることを見出だし、銅の融点より低い温度で先すめた後、銅の融点より高によりの発生により銅粉を鉄系焼結合金を製造することを切りたものである。すなわち、この発明では、銅の融点より低く鉄の焼結温度で焼結し鉄系金属によるネットワークを現ることを損し、銅の融点より高い温度で焼結し鉄系金属によるネットワークを根なうことを特徴とする。

#### [発明が解決しようとする課題]

前記従来技術における昇温方法は、型潤滑剤の除去や急速加熱を目的とし、鍋の融点(1083 で)以上の焼結温度へ一気に昇温するため、風鉛や合金粉がFe粒子内への拡散が進行する前にCuによる膨張が開始し、すなわちFe粒子間へのCu

-1-

にCuの融点以上の温度でこのネットワークにCu を不均一に浸透拡散せしめる点に特徴があり、いずれもCuの融液によりFe粒子への合金元素の拡 散が妨げられ高強度の抗結体が得られないという 前記問題点を直接解決するものではない。

本発明はFe-C-Cu系多成分合金粉末の従来の焼結方法において、黒鉛や合金粉がFe粒子内への拡散が進行する前にCuによる膨張が開始し、すなわちFe粒子間へのCu液相の浸透、またはFe粉粒子内の結晶粒界へのCuの拡散が起こる合金成分の拡散が不十分となり、焼結時間を長くしても、焼結体の高強度特性が得られないという問題とCuの融解・拡散がほぼ同時に始まり、両成分の造がよび、Copper Growth を抑制するCの拡散とCuの融解・拡散がほぼ同時に始まり、両成分の診が大きくなるという問題点を解決すべくながあるの、Fe粒子内への黒鉛およびその他の合金成分の十分な拡散を図り高強度の焼結体を得ることのでと共に、寸法精度の優れた焼結体を得ることので

きる」F c … C — C u系多成分合金粉末の焼桔方法を 提供することを目的とする。

[課題を解決するための手段]

本発明はFe-C-Cu系に関するものであり、 本発明の原料粉末はFe粉に添加元素粉としてC およびCuと、必要に応じてNi、Cr、Mn、Si、 Mo、W、FおよびS等のうち1種または2種以 上を混合するものである。

Cは焼結機械部品に強度を付与するために添加される。Cは黒鉛粉で添加され、焼結中にFe中へ拡散させる。Cは焼結中に雰囲気ガスの組成および温度により、浸炭されたり脱炭されたりする。

CuはFc焼結体の焼入性を向上し強度強化に寄与する元素であるが、同時に焼結体の寸法調節という特異な効果をもたらす。すなわち、Fc-Cu系の合金粉を焼結すると、Cuの融点付近から急に膨張し、焼結後の寸法はFeの場合より大きくなるので、この現象が焼結体の寸法調節に利用される。このようなCu添加による膨張現象はCopper Growth といわれ、その原因はFe粒子

**-7-**

であり、本発明のFe-C-Cu系多成分合金粉末の焼結方法は、焼結雰囲気に選業ガスおよび/または水器ガスを用い、または真空中で、900℃から銅の融点までの温度で30~80分間加熱する第1の焼結工程と、銅の融点から鉄の融点までの温度で20分以上加熱する第2の焼結工程とからなることを要旨とするものである。

本発明が適用されるFe-C-Cu系多成分合金 粉末に含まれる炭素の量は1.5%以下の範囲で ある。Cは黒鉛粉で添加されるが、1.5%黒鉛 までは焼結体中に発と遊離炭素が残留し、 かの焼結体の強度低下につながるセメンタイト組 他の混合が著しく増加することとなるからである。 また、Cuの添加量はアFeの固溶膜の8%までである。その他に含まれる合金元素としてはNi、 Cr、Mo、Mn、Si、W、PおよびS等のうち1 種または2種以上を添加してもよい。いずれの合金元素も単体あるいは化合物の粉末としてFe粒 全に混合される。 間へのCu液相の浸透、またはFe析粒子内の結晶粒界へのCuの拡散が膨張に寄与するとされている。

発明者等は前記課題を解決するため、Fe粒子内への黒鉛および合金元素の拡散の挙動について、鋭意研究を重ねた。その結果、黒鉛および合金元素のFe粒子内への拡散は、銅の融点以下の温度でも十分に起こることを突き止めた。さらに、黒鉛および合金元素のFe粒子内への拡散が開始する温度についても研究を重ね、900℃付近からこれら合金元素の拡散が急激に開始することを発見した。

また、焼結体中のC 量と関係する雰囲気ガスについて検討を重ねた。従来の炭化水素変成ガスを 雰囲気ガスとして用いると、その組成および温度によって脱炭あるいは浸炭が起こることから、脱炭あるいは浸炭を惹起しない窒素ガスおよび/または水素ガスを雰囲気ガスとしてあるいは真空を用いることを着想した。

本発明は前記の事実に基づいて完成されたもの

. -8-

原利となるFe粉には、電解鉄、噴霧鉄、湿元 鉄またはカーボニル鉄粉のいずれを用いても良い。 Fc粉と黒鉛粉および合金元素粉を混合し、さら に0.5~1.5%の潤滑剤を加えよく混合する。 混合した粉体は金型に充填してプレスで圧縮して 成形体を得る。 成形体は焼結雰囲気に智素ガス および/または水素ガスを用い、900℃から銅 の融点(通常1083℃)までの温度の間を30~ 80分間かけて昇温する第1の焼粘を行う。焼粘 の雰囲気ガスは窒素ガスのみでも水素ガスのみで もまた窒素ガスと水素ガスの混合ガスでも良い。 焼結の雰囲気ガスとして用いられる鐙業ガスおよ び/またば水紫ガス中に含まれるCO、Oz、C 〇1および日2〇の量は可及的に少ない方が望まし い。Oz、COzおよびHzOが多いと脱炭および 酸素との親和力の強い元素の酸化が起こるからで あり、COガスが含まれると、雰囲気にカーボン ・ポテンシャルが生ずるからである。なお、雰囲 気中の○1、C○2およびH2○を被じるために添 加される微量の炭化水素ガスについては、本発明

の効果を妨げるものではない。また、焼結温度は 900℃から銅の融点までの温度の間の一定温度 で保持しても良く、あるいは前記温度の間である 程度の温度勾配を持たせて昇温しても良い。なお、 焼結雰囲気としては真空を用いても同様の結果が 得られる。

第1の焼結工程によって得られた焼結体は、直 ちに第2の焼結工程に移行しても良いが、さらに 焼結体の密度を向上し所要の寸法と形状を確果 可力法との焼結工程では、焼結雰囲気に窒素 ガスおよび/または水素ガスを用い、銅の融点を がスおよび/または水素ガスを用い、銅の融点から までの焼結工程を終わってそのまま第2の焼結 工程を終わって一旦降温後、第2の焼結工程 度まで加熱しても同様の効果が得られる。

かくして得られたFc-C-Cu多成分系合金の 焼結体は、従来のものより強度が高く、硬さ、朝 性ともに優れ、かつ寸法精度の優れたものであり、

-11-

子内への拡散が極めて遅いからである。

900℃以上の焼結温度で、黒鉛粉のFe粒子 内への拡散が起こることは、次の実験によって確 認されている。 Fe原料粉末(Fe粉末に4%Ni粉 末、1.5%Cu粉末および0.5%Mo粉末を混合 したもの)に0.6%黒鉛粉を混合し、成形面圧7 t/cn<sup>2</sup>で金型成形してテストピースを作成し、加 熱条件を750、800、850、880℃で3 0 分均熟後冷却した、それぞれのテストピースの 金属組織を顕微鏡で観察し、その金属組織を表す 100倍および400倍の顕微鏡写真を第6図(A )(B)(C)(D)に示した。第6図から明らかなよ うに、加熱温度が高くなるに従ってFe粒子中へ の黒鉛の拡散が増加し、Fe粒子中の黒灰色の部 分の問合が増えているが、750℃で加熱した第 6 図(A)および800℃で加熱した第6図(B)で は黒鉛は殆ど拡散せずに残っている。850℃で 加熱した第6図(C)では、一部の拡散が認められ る。880℃で加熱した第6図(D)はかなり拡散 が進行しているが、粒子間の黒い部分に残留黒鉛

-13-

機械焼結部品にとって極めて有用な焼結方法が実 現されているのである。

[作用]

Fe粉に添加元素粉およびステアリン酸亜鉛のような潤滑剤粉を配合し、これを金型へ充填し圧縮成形して得た成形体は第1の焼結工程において、焼結雰囲気に窒素ガスおよび/または水素ガスを用い、900℃から1083℃までの温度の間を30~80分間かけて昇温する。

第1の焼結工程において、焼結温度を銅の融点以下に設定したのは、Cuの融点である1083℃を越えるとCuによる膨張が開始し、すなわちFe粒子間へのCu液相の浸透、またはFe粉粒子内の結晶粒界へのCuの拡散が起こるため、Fe粒子はCu融液に覆われ黒鉛や合金粉がFe粒子内への拡散が妨げられるからである。なお、銅の融点は通常1083℃であるが、Niなどの存在により上昇することがある。また、第1の焼結工程における焼結温度を900℃以上に設定したのは、900℃以下では黒鉛粉その他の合金粉のFe粒

-12-

も 0 . 1 5 ~ 0 . 2 % (全 C 分析値 0 . 5 4 %)存在 している。

以上の結果より抗結温度として900℃以上の温度で30分以上加熱時間を確保すれば、風鉛を十分に拡散できることが確認された。なお、焼結時間の上限を80分に限定したのは、80分以上の焼結時間をかけても残留黒鉛の量は殆ど一定となり、不経済となるからである。

また、焼結工程には焼結雰囲気に窒素ガスおよび/または水業ガスを用いたので、Fc粒子内に拡散したC量は雰囲気ガスにより脱炭または浸炭されることがなく、Cuによる膨張作用を抑制する焼結体中のC量が所望の水準に保たれる。

第1の焼結工程を終わった焼結体は、必要に応じて再圧縮した後、焼結雰囲気に窒素ガスおよび/または水素ガスを用い、銅の融点から鉄の融点までの温度で20分以上加熱する。第2の焼結工程における焼結温度はCuの融点1083℃より高いので、Cuの熔融による焼結体の膨張が開始し、Fe粒子間へのCu液相の浸透、またはFe粉

粒子内の結晶粒界へのCuの拡散が起こる。しかし、第1の焼結工程において黒鉛および添加合金元素の拡散が十分に行なわれているので、Cu融液による合金元素の拡散の妨害といったことを考慮する必要がない。また、Fe粒子中へのCの拡散により、Cuによる膨張は抑制されるが、焼結の雰囲気ガスが脱炭あるいは浸炭の起こらない窒素ガスおよび/または水素ガスまたは真空中であるので、Fe粒子中のC量の変動がなく、Cuによる膨張は一定の限度で抑制される。

#### **「寒施例**】

以下に、本発明の実施例を示し、本発明をさらに具体的に明らかにするが、本発明が以下に述べる実施例の記載によって何等限定的に解釈されるものではない。

#### (実施例1)

Fc原料粉末としてヘガネス社製拡散合金粉(D JSTALOY AE Fc粉末に4%Nj粉末、 1.5%Cu粉末および0.5%Mo粉末を混合した もの)を用い、風鉛を0.6%、型潤滑剤としてス

-15-

体を得た。

得られた焼結体について、硬さHv、引張強さkg「/mm²および伸び%を測定した。なお、引張強さは島津製スイトロン型万能試験機を用いらmm/winの速度で引張試験を行い、伸びは標点距離を25mmとし破断後の長さを1/20mmまでノギスで測定して計算によって求めた。

得られた結果は焼結体の密度別に集計し、それぞれの平均値を求め、第2図にまとめて示した。 第2図から明らかなように、本発明方法による焼 結体は従来方法による焼結体よりも引張強さが4~5kgf/mm²高くなっており、さらに硬さおよび 仲び共に本発明方法による焼結体は従来方法による焼結体よりも優れた値を示した。

次ぎに本発明例の抗結体と従来例の抗結体の顕 微鏡組織とエレクトロンプローブマイクロアナラ イザ(以下EFMAと呼ぶ)の線分析を調べ、結果 を第3図(A)(B)および第4図(A)(B)に示した。 第3図(A)は本発明例の抗結体の200倍の金属 組織を表す顕微鏡写真であるが、Fc粒子中にC テアリン酸亜鉛を 0.8%混合し、粉末冶金工業会標準の引張試験用金型に充填し、成形圧力 3~5 t/cm²で成形した。次いで型潤滑剤を除去する目的で N 2 + 5 % H 2 雰囲気で 8 5 0 ℃の温度で 3 0 分間加熱した。続いてなたね油を潤滑剤として同じ金型を用い成形圧力 6~9 t/cm²で成形し、4 種類の成形密度の試験片を各 2 0 個製作した。

第1図は本発明の昇温パターン1と、従来問を の昇温パターン2を、縦軸に温度、横軸に時間を とって示したものである。本発明の開き見いから1083℃は、現立ので15分間で見いから1083℃は大力による。 間に1000℃で15分間のの間を見いから 1083℃の間を合計で30分分保持したのである。 で月温して20分保持したのである。 が表現に120℃に昇温して20分保持では、1120である。 で月温にその昇温パターンは、1120でまる。 で月温にその形密度がに100の次次を で月はたる成形密度がに100次次を は、がカスに窒素がスト5次を は、がカスに発出がターン1と従来を 発明方法による昇温パターン1と従来を 見温パターン2に従ってそれぞれ 焼結して、 焼結

-16-

が十分に拡散し、パーライト中の炭素量が多いのが観察される。第3図(B)は従来例の焼結体の金 属和繊を表す200倍の顕微鏡写真であるが、F e粒子中へのCの拡散が不十分でα相(フェライト) が観察される。

第4図(A)は本発明例の焼結体のEPMA線分析結果であるが、Cの拡散が良好であって、Cの個在を示すCのピークが殆ど見られない。これに対して第4図(B)は従来例の焼結体のEPMA線分析結果であるが、残留の黒鉛の存在を示すCのピークが見られる。

次ぎに、本発明例の焼結体と従来例の焼結体の内部を削り、切粉の全炭素量と残留風鉛量を測定し鉄中に固溶した炭素量を計算した。結果は第1表に示す。

(以下余白)

第 1 表

区分	全炭素量	残贸黑鉛	固溶炭素量
	(%)··(a)	(#)··(b)	(%)··(a-b)
発 明 例	0.54	0.06	0 . 4 8
従 来 例	0.54	0 . 1 6	0.38

第1表から明らかなように、本発明例の挽結体は従来例の焼結体よりも焼結時間が短くても、残留黒鉛が少なくなっていることが確認された。 (実施例2)

原料粉末としてFe粉末に2%Cu粉および0.9% 黒鉛粉を混合したものを用い、型潤滑剤としてステアリン酸亜鉛を0.8%混合し、成形荷重3~7 t/cm²で、直径46 mm、高さ10 mmの寸法変化調査用の円柱試験片を、種々の密度について各12個づつを成形した。

得られた成形体の寸法を測定した後、実施例1 と同様に窒棄 + 5 %水業雰囲気で、第1 図に示す本発明の昇温パターンと、従来方法の昇温パターンで焼結し、焼結体の寸法を測定して寸法変化率および寸法のバラツキを算出した。得られた結果

-19-

法精度が向上し、寸法のばらつきが小さくなる。

(c) 本発明の煩結方法は、従来方法よりも焼結時間が短くて、十分に黒鉛その他の合金元素を拡散して強度の高い焼結体を得ることができるので、高温で保持する時間を短縮することによる省エネルギの効果がある。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明例と従来例の焼結条件の昇温パターンを示す温度と時間の関係を示す図、第2図は本発明方法による焼結体と従来方法による焼結体の硬さ、引張強さおよび仲びを焼結体の密度が結構を表す200倍の顕微鏡写真、第3図(B)は従来方法の焼結体の金属組織を表す200倍の顕微鏡写真、第4図(B)は従来方法の焼結体の金属組織を表すによる焼結体のEPMA線分析結果、第3図は本発明の焼結体のEPMA線分析結果、第3図は本発明の焼結体のEPMA線分析結果、第3図は本発明の焼結体のEPMA線分析結果、第3図は本発明例と従来例の焼結体の寸法変化率を密度別に表した図、第6図(A)は750℃で30分間加熱した焼結体の100倍および400倍の金属

は密度別に平均値と±3 σ の範囲を第 5 図に示した。

第5図に示したように、本発明例は従来例と比較して寸法変化率が低く、かつ寸法変化のバラツキも極めて小さいことが明らかとなり、本発明では寸法精度の優れた焼結体の得られることが確認された。

#### [発明の効果]

本発明方法によってもたらされる効果は次の通 りである。

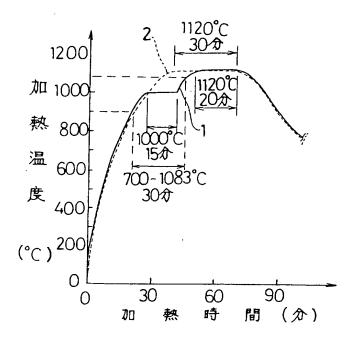
- (a) Cuの融点以下の温度でかつ黒鉛および合金元素がFe粒子内に十分に拡散をする温度で第1の焼結を行うので、Fe粒子がCuの融液で覆われる前に、黒鉛および合金元素をFe粒子内に十分に拡散させて固溶させることにより、強度および朝性の優れた焼結体を得ることができる。
- (b) 焼結の雰囲気は脱炭および浸炭の殆ど起こらない窒素ガスおよび/または水素ガスを用いるので、Cuによる膨張作用を抑制する焼結休中のC量が所望の水準に保たれ、そのため焼結休の寸

-20 -

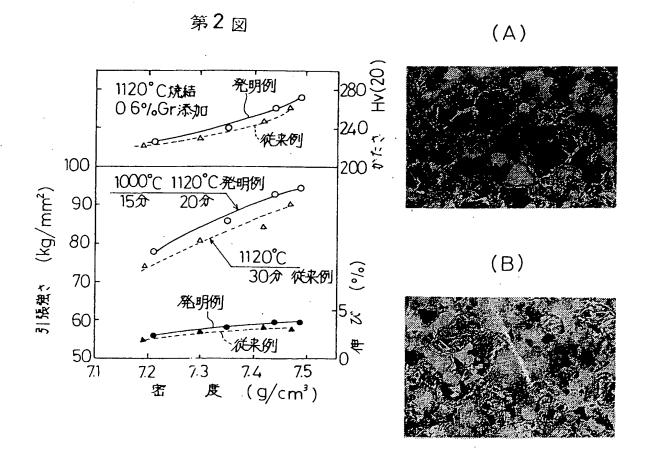
組織を表す顕微鏡写真、第6 図(B)は800℃で30分間加熱した焼結体の100倍および400倍の金属組織を表す顕微鏡写真、第6 図(C)は850℃で30分間加熱した焼結体の100倍および400倍の金属組織を表す顕微鏡写真、第6 図(D)は880℃で30分間加熱した焼結体の100倍および400倍の金属組織を表す顕微鏡写真、第7 図および第8 図は従来方法の焼結の昇温パターンを示す温度と時間の関係の図である。

1・・・本発明方法の昇温パターン、2・・・ 従来方法の昇温パターン。

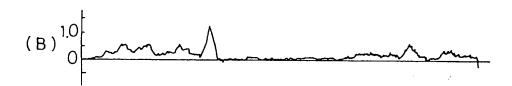
第1図



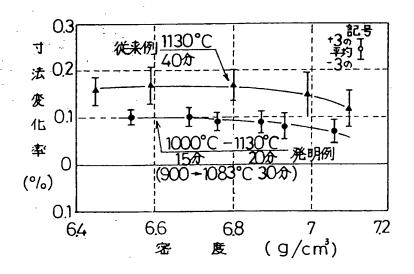
第 3 図

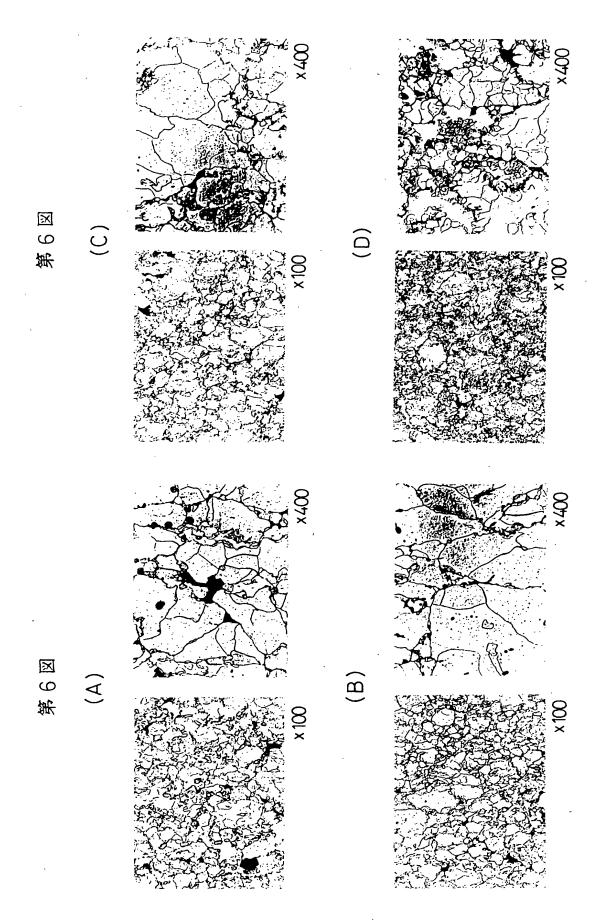


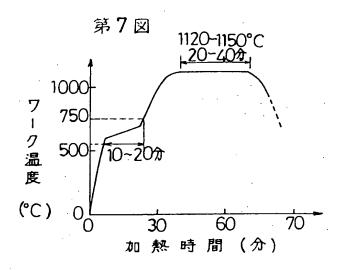


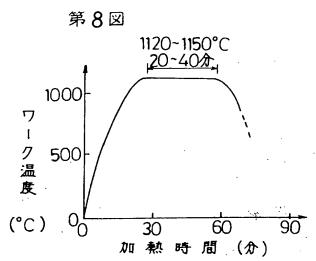


第5図









# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

□ BLACK BORDERS
□ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
□ FADED TEXT OR DRAWING
□ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS	
☐ GRAY SCALE DOCUMENTS	

☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

☐ SKEWED/SLANTED IMAGES

☐ OTHER:

☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

# IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.